

b)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-045438

(43)Date of publication of application : 17.02.1998

(51)Int.Cl.

C03C 27/12
B32B 17/10

(21)Application number : 08-200042

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 30.07.1996

(72)Inventor : HATTORI TSUYOSHI

(54) PRODUCTION OF LAMINATED GLASS**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain laminated glass excellent in blocking resistance, handleability and degassing performance of a middle layer and not causing optical strain by using a specified laminated resin film as the middle layer.

SOLUTION: At least an underside of a laminated resin film composed of at least two resin films (A), (B) including the outermost resin film of 45 to <200 μ m thickness is finely embossed to 20-40 μ m surface roughness to form a middle layer. This middle layer is held between transparent glass sheets and they are subjected to preliminary press bonding and concluding press bonding. The resin film A composed of PVAc contg. 5-8mol% vinyl acetate obtd. by modifying PVA to acetal with 4-6C aldehyde and a plasticizer. The resin film B consists of PVAc contg. \leq 4mol% vinyl acetate obtd. by modifying PVA to acetal with 3 or 4C aldehyde and a plasticizer. The preliminary press bonding is carried out at a temp. below the outflow start temp. of at least one of the resin films.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind-of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-45438

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月17日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 C 27/12			C 0 3 C 27/12	H
B 3 2 B 17/10			B 3 2 B 17/10	C

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平8-200042

(22) 出願日 平成 8 年 (1996) 7 月 30 日

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満 2 丁目 4 番 4 号

(72) 発明者 服部 強司

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 合わせガラスの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 積層樹脂膜からなる中間膜を用い、中間膜の耐ブロッキング性、取扱作業性及び脱気性に優れ、しかも光学歪みが発生しない合わせガラスを得る。

【解決手段】 最外樹脂膜の膜厚が45 μ m 以上200 μ m 未満である積層樹脂膜からなり、表面に粗さ20~40 μ m のエンボスが形成されてなる中間膜、或いは最外樹脂膜の膜厚が200 μ m 以上720 μ m 以下である積層樹脂膜からなり、表面に粗さ20~40 μ m のエンボスが形成されてなる中間膜を、透明なガラス板の間に挟み、予備圧着を行い、その後本圧着を行って合わせガラスを得る。ここで、上記積層樹脂膜は特定物性の可塑性ポリビニルアセタール樹脂膜 A 及び B とからなり、上記予備圧着は中間膜を構成する各樹脂膜のうち少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行われる。流出開始温度は高化式フローテスター (試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1mm、ダイ長さ10mm) を用いて測定される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 最外樹脂膜の膜厚が $45\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 未満である少なくとも二層の積層樹脂膜からなり、その少なくとも一面に表面粗さが $20\sim 40\mu\text{m}$ の微細なエンボスが形成されてなる中間膜を、透明なガラス板の間に挟み、予備圧着を行い、その後本圧着を行うことによって、合わせガラスを製造する方法であって、上記積層樹脂膜は、二種の樹脂膜 A 及び B とからなり、樹脂膜 A は、ポリビニルアルコールを炭素数 $4\sim 6$ のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が $5\sim 8$ モル%のポリビニルアセタール樹脂 (a) と可塑剤とからなり、樹脂膜 B は、ポリビニルアルコールを炭素数 3 又は 4 のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が 4 モル%以下のポリビニルアセタール樹脂 (b) と可塑剤とからなり、上記予備圧着は、中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行われることを特徴とする合わせガラスの製造方法。ここで、表面粗さは、JIS B 0601 による十点平均粗さであり、各樹脂膜の流出開始温度は、高化式フローテスター（試験荷重 20 kg/cm^2 、ダイ径 1mm 、ダイ長さ 10mm ）を用い昇温法によって測定される値である。

【請求項 2】 最外樹脂膜の膜厚が $200\mu\text{m}$ 以上 $720\mu\text{m}$ 以下である少なくとも二層の積層樹脂膜からなり、その少なくとも一面に表面粗さが $20\sim 40\mu\text{m}$ の微細なエンボスが形成されてなる中間膜を、透明なガラス板の間に挟み、予備圧着を行い、その後本圧着を行うことによって、合わせガラスを製造する方法であって、上記積層樹脂膜は、二種の樹脂膜 A 及び B とからなり、樹脂膜 A は、ポリビニルアルコールを炭素数 $4\sim 6$ のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が $5\sim 8$ モル%のポリビニルアセタール樹脂 (a) と可塑剤とからなり、樹脂膜 B は、ポリビニルアルコールを炭素数 3 又は 4 のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が 4 モル%以下のポリビニルアセタール樹脂 (b) と可塑剤とからなり、上記予備圧着は、中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行われることを特徴とする合わせガラスの製造方法。ここで、表面粗さは、JIS B 0601 による十点平均粗さであり、各樹脂膜の流出開始温度は、高化式フローテスター（試験荷重 20 kg/cm^2 、ダイ径 1mm 、ダイ長さ 10mm ）を用い昇温法によって測定される値である。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、積層樹脂膜からなる中間膜を用い、光学歪みが発生しない合わせガラスの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】透明なガラス板の間に、可塑化ポリビニルブチラル等熱可塑性樹脂シートからなる中間膜を挟み互いに接着させて得られる合わせガラスは、自動車、航空機、建築物などの窓ガラスに広く使用されている。

【0003】この種の合わせガラスは、通常、透明なガラス板の間に中間膜を挟み、これをニップロールに通して扱いか或いはゴムバックに入れて減圧吸引し、ガラス板と中間膜との間に残留する空気を脱気しながら予備圧着し、次いでオートクレーブ内で加熱加圧して本圧着を行うことにより製造される。

【0004】上記合わせガラスの中間膜には、接着性、耐候性、耐貫通性、透明性等の基本性能が良好であることのほかに、保管中に中間膜同士がブロッキングしないこと、ガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良好であること、さらに空気の巻き込みを無くすために、予備圧着工程での脱気性が良好であることが要求される。

【0005】このような要求を満たすために、通常、中間膜には、その少なくとも一面に微細なエンボスが形成されている。微細なエンボスの形態としては、多数の凸起とこの凸起に対する凹部とからなる各種の凹凸模様、或いは多数の凸条とこの凸条に対する凹溝からなる各種の凹凸模様が広く知られている（例えば、特開昭 60-204643 号公報及び特公平 1-32776 号公報参照）。

【0006】一方、近年では合わせガラスの用途の多様化が進み、遮音性、装飾性、断熱性など、合わせガラスの付加価値の向上が広く要求されるようになってきている。このため、単層の樹脂膜よりなる中間膜だけでは要求性能を全て満足させることが難しくなり、積層樹脂膜からなる中間膜が注目されている。例えば、特開平 7-206483 号公報においては、二種の可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜を積層して構成した、少なくとも二層の積層樹脂膜からなる遮音性の中間膜及び合わせガラスが提案されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】このような従来の積層樹脂膜からなる中間膜を用いて合わせガラスを製造する際に、ブロッキングの防止、取扱作業性改善及び脱気性向上のために、中間膜の表面に微細なエンボスを形成した場合、最外樹脂膜の膜厚が比較的薄い場合には、エンボスが中間膜表面に形成されるだけではなく、積層樹脂膜を構成する各樹脂膜の界面にもエンボスの凹凸に対応して凹凸状の微小な変形が生じる。

【0008】このため、各樹脂膜の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となる。その結果、このような積層樹脂膜からなる中間膜を用いて作製した合わせガラスは、この合わせガラスを通してガラスの反対側を見た場

合、反対側の像が歪んで見える、いわゆる光学歪みが発生するという問題が生じることが多い。

【0009】この発明は、上記の問題を解決するもので、その目的とするところは、積層樹脂膜からなる中間膜を用い、中間膜の耐ブロッキング性、取扱作業性及び脱気性に優れ、しかも光学歪みが発生しない合わせガラスの製造方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上述の問題を解決するために鋭意研究を行った結果、積層樹脂膜からなる中間膜を用いた合わせガラスに発生する像の歪み、いわゆる光学歪み現象は、中間膜表面に形成された微細なエンボスの表面粗さ及び予備圧着温度と多大な相関があることを見出した。この発明は、このような知見に基づいてなされたものである。

【0011】すなわち、この発明の合わせガラスの製造方法のうち、請求項1の発明は、最外樹脂膜の膜厚が45 μ m以上200 μ m未満である少なくとも二層の積層樹脂膜からなり、その少なくとも一面に表面粗さが20 \sim 40 μ mの微細なエンボスが形成されてなる中間膜を、透明なガラス板の間に挟み、予備圧着を行い、その後本圧着を行うことによって、合わせガラスを製造する方法であって、上記積層樹脂膜は、二種の樹脂膜A及びBとからなり、樹脂膜Aは、ポリビニルアルコールを炭素数4 \sim 6のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が5 \sim 8モル%のポリビニルアセタール樹脂(a)と可塑剤とからなり、樹脂膜Bは、ポリビニルアルコールを炭素数3又は4のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が4モル%以下のポリビニルアセタール樹脂(b)と可塑剤とからなり、上記予備圧着は、中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行われることを特徴とする。ここで、表面粗さは、JIS B 0601による十点平均粗さであり、各樹脂膜の流出開始温度は、高化式フローテスター（試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1mm、ダイ長さ10mm）を用い昇温法によって測定される値である。

【0012】さらに、この発明の合わせガラスの製造方法のうち、請求項2の発明は、最外樹脂膜の膜厚が200 μ m以上720 μ m以下である少なくとも二層の積層樹脂膜からなり、その少なくとも一面に表面粗さが20 \sim 40 μ mの微細なエンボスが形成されてなる中間膜を、透明なガラス板の間に挟み、予備圧着を行い、その後本圧着を行うことによって、合わせガラスを製造する方法であって、上記積層樹脂膜は、二種の樹脂膜A及びBとからなり、樹脂膜Aは、ポリビニルアルコールを炭素数4 \sim 6のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が5 \sim 8モル%のポリビニルアセタール樹脂(a)と可塑剤とからなり、樹脂膜Bは、ポリビニルアルコールを炭素数3又は4のアルデヒドでアセタ

ール化して得られ、ビニルアセテート成分が4モル%以下のポリビニルアセタール樹脂(b)と可塑剤とからなり、上記予備圧着は、中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行われることを特徴とする合わせガラスの製造方法。ここで、表面粗さは、JIS B 0601による十点平均粗さであり、各樹脂膜の流出開始温度は、高化式フローテスター（試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1mm、ダイ長さ10mm）を用い昇温法によって測定される値である。

【0013】この発明において、積層樹脂膜からなる中間膜の表面に形成される微細なエンボスの形状は、円錐、角錐、擬錐体、角柱、円錐等の柱体等、特に限定されることなく種々の形状を採用することができる。

【0014】また、エンボスの底面径または底辺長や間隔（ピッチ）は、合わせ加工時の脱気性（シール性、エア溜まり限度）、作業性（中間膜同士のブロッキング防止、中間膜とガラス板との適度な滑り）等を考慮して適宜変更することができるが、外観上の不具合の解消のためには、底面径または底辺長は小さい方が好ましく、反面、ピッチは大きい方が好ましい。一般的には、底面径または底面長は30 \sim 900 μ m、ピッチは100 \sim 1000 μ mの範囲が好ましいが、特にこれらに限定されるものではない。

【0015】しかしながら、エンボスの表面粗さは最外樹脂膜の膜厚との関係において限定される。なお、ここで言うエンボスの表面粗さは、JIS B 0601による十点平均粗さである。最外樹脂膜の膜厚が45 μ m以上200 μ m未満の場合に、エンボスの表面粗さは20 \sim 40 μ mに限定される（請求項1の発明）。また、最外樹脂膜の膜厚が200 μ m以上720 μ m以下の場合に、エンボスの表面粗さは20 \sim 50 μ mに限定される（請求項2の発明）。このような最外樹脂膜の膜厚及びエンボスの粗さの範囲で、各樹脂膜の界面に微小な乱れが生ぜず界面が均一となり、いわゆる光学歪みの発生が防止され、しかも中間膜の耐ブロッキング性、取扱作業性及び脱気性に優れることが見出された。

【0016】なお、エンボスの配列としては、規則的なもの、ランダムなものなど種々ものを採用することができ、特に限定されるものではないが、界面の乱れによる光学歪み現象が起こりにくいという点を考慮すれば、エンボスの配列は規則的である方が好ましい。

【0017】積層樹脂膜からなる中間膜の表面に上記のような微細なエンボスを形成する方法としては、エンボスロール法、カレンダーロール法、異形押出法等が挙げられるが、定量的に一定のエンボスを得るにはエンボスロール法が好適に採用される。微細なエンボスは中間膜の片面だけに形成されてもよいが、中間膜の両面に形成されるのが望ましい。

【0018】なお、積層樹脂膜からなる中間膜の膜厚

は、請求項1の発明においては、最外樹脂膜の膜厚が45 μm 以上200 μm 未満に限定され、請求項2の発明においては、最外樹脂膜の膜厚が200 μm 以上720 μm 以下に限定されるほかは、特に限定されるものではないが、各種の用途に対して好適であるように、この発明においては、中間膜の膜厚は0.1~2mmの範囲であるのが好ましい。

【0019】この発明において、中間膜を構成する積層樹脂膜は、二種の樹脂膜A及びBとからなり、樹脂膜Aは、ポリビニルアルコールを炭素数4~6のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が5~8モル%のポリビニルアセタール樹脂(a)と可塑剤とからなり、樹脂膜Bは、ポリビニルアルコールを炭素数3又は4のアルデヒドでアセタール化して得られ、ビニルアセテート成分が4モル%以下のポリビニルアセタール樹脂(b)と可塑剤とからなる。

【0020】このような積層樹脂膜からなる中間膜は、耐候性、耐貫通性、ガラス破片の飛散防止性、透明性など、合わせガラスに要求される基本性能が優れている上に、遮音性能に優れている。なお、積層樹脂膜を構成する各樹脂膜には、紫外線吸収剤、酸化防止剤、接着剤調整剤等の種々の公知の添加剤が含有あるいは付着されてもよい。

【0021】上記ポリビニルアセタール樹脂(a)及び(b)の調製に使用するポリビニルアルコールとしては、平均重合度500~3000のものが好ましく、平均重合度1000~2500のものがさらに好ましい。この平均重合度が500未満であると合わせガラスの耐貫通性が低下する。逆に、平均重合度が3000を越えると樹脂膜の成形が難しくなり、しかも樹脂膜の強度が強くなりすぎて適当でない。

【0022】また、ポリビニルアルコールの鹸化度は、樹脂(a)の調製においてはビニルアセテート成分を5~8モル%に設定せねばならないので、鹸化度95~92モル%のものが用いられる。また、樹脂(b)の調製においてはビニルアセテート成分を4モル%以下に設定せねばならないので、鹸化度96モル%以上のものが用いられる。

【0023】ここで、ポリビニルアルコールの平均重合度及び鹸化度は、例えば、JISK 6726「ポリビニルアルコール試験方法」に基づいて測定することができる。

【0024】ポリビニルアセタール樹脂(a)の調製において、炭素数4~6のアルデヒドとしては、n-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、パレルアルデヒド、n-ヘキシルアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド等が単独或いは二種以上組み合わせて用いられる。

【0025】樹脂(a)の調製において、アルデヒドの炭素数が3以下では十分な遮音性を得ることができない。逆に、アルデヒドの炭素数が7以上ではアセタール化の

反応性が低下し、しかも室温付近での遮音性能が十分に発揮されない。特に、n-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、n-ヘキシルアルデヒドの単独或いは二種以上組み合わせが好ましい。

【0026】また、ポリビニルアセタール樹脂(b)の調製において、炭素数3又は4のアルデヒドとしては、プロピオンアルデヒド、n-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド等が単独或いは二種以上組み合わせて用いられる。

10 【0027】樹脂(b)の調製において、アルデヒドの炭素数が2以下で樹脂膜の成形性が低下し、逆にアルデヒドの炭素数が5以上ではアセタール化の反応性が低下し、しかも室温付近での遮音性能が十分に発揮されない。特に、n-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒドの単独或いは二種の組み合わせが好ましい。

20 【0028】特に、上記樹脂(a)及び樹脂(b)は、いずれも炭素数4のn-ブチルアルデヒドでアセタール化して得られたものが好ましい。n-ブチルアルデヒドでアセタール化した樹脂の使用により、各樹脂膜の接着強度が強くなり、また耐候性にも優れ、しかも樹脂の製造も容易である。

【0029】ポリビニルアセタール樹脂(a)及び(b)の調製方法としては、公知のいかなる方法でもよい。例えば、ポリビニルアルコールを温水に溶解し、得られた水溶液を所定の温度、例えば0~95℃に保持しておいて、所要の酸触媒及びアルデヒドを加え、攪拌しながらアセタール化反応を進行させ、次いで反応温度を上げて熟成し反応を完結させ、その後、中和、水洗及び乾燥を行って樹脂(a)及び樹脂(b)の粉末を得る。

30 【0030】得られるポリビニルアセタール樹脂(a)及び(b)は、ビニルアセタール成分とビニルアルコール成分とビニルアセテート成分とから構成されている。これ等の各成分量は、例えば、JISK 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に基づいて測定することができる。

【0031】なお、ポリビニルブチラール樹脂以外のポリビニルアセタール樹脂の場合は、ビニルアルコール成分量とビニルアセテート成分量とを測定し、残りのビニルアセタール成分量は100から上記両成分量を差し引くことにより算出することができる。

【0032】また、アセタール化度も上記試験方法に基づいて測定することができる。ここで、樹脂(a)のアセタール化度は40モル%以上が好ましい。このアセタール化度が40モル%未満では、可塑剤との相溶性が良くなく、遮音性能を発揮するのに必要な可塑剤量を含有させることが難しくなる。より好ましいアセタール化度は50モル%以上である。

50 【0033】また、樹脂(b)のアセタール化度は50モル%以上が好ましい。このアセタール化度が50モル%未満では、可塑剤との相溶性が良くなく、耐貫通性確保

に必要な可塑剤量を含有させることが難しくなる。

【0034】上記樹脂(a)のビニルアセテート成分の含有量は5~8モル%である。このビニルアセテート成分の含有量が5モル%未満では遮音性能が十分に発揮されず、逆にビニルアセテート成分の含有量が8モル%を超えると樹脂の製造時にブロッキングを起こし易くなり、製造に困難をとまう。特に、このビニルアセテート成分の含有量は6~8モル%が好ましい。

【0035】また、樹脂(b)のビニルアセテート成分の含有量は4モル%以下である。このビニルアセテート成分の含有量が4モル%を超えると、樹脂膜A及びBとの粘弾性的性質が類似したものとなり、広い温度領域での遮音性能が十分に発揮されない。特に、このビニルアセテート成分の含有量は0~2モル%が好ましい。

【0036】このようにして調製されたポリビニルアセタール樹脂(a)とポリビニルアセタール樹脂(b)に、それぞれ所定量の可塑剤が配合され、これを押出法、カレンダー法、プレス法等によりシート状に製膜して樹脂膜Aと樹脂膜Bとを成形する。また、上記樹脂(a)と樹脂(b)に、それぞれ所定量の可塑剤を混合し、これを多層押出法により一体に成形することもできる。

【0037】可塑剤としては、この種の間膜に用いられている公知の可塑剤、例えば、一塩基酸エステル、多塩基酸エステル等の有機系可塑剤や、有機リン酸系、有機亜リン酸系等のリン酸系可塑剤等が用いられる。

【0038】一塩基酸エステルの中では、例えば、トリエチレングリコールと、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプタン酸、n-オクチル酸、2-エチルヘキシル酸、ペラルゴン酸(n-ノニル酸)、デシル酸等の有機酸との反応によって得られたグリコール系エステルが好ましい。その他、テトラエチレングリコール、トリプロピレングリコールと上記の如き有機酸とのエステルも用いられる。

【0039】多塩基酸エステルとしては、例えば、アジピン酸、セバチン酸、アゼライン酸等の有機酸と炭素数4~8の直鎖状又は分枝状アルコールとのエステルが好ましい。また、リン酸系可塑剤としては、トリブトキシエチルフォスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスファイト等が好ましい。

【0040】特に、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキソエート、トリエチレングリコールジカプリレート、トリエチレングリコールジ-n-オクトエート、トリエチレングリコールジ-n-ヘプトエート、テトラエチレングリコールジ-n-ヘプトエート、その他ジブチルセバケート、ジオクチルアゼレート、ジブチルカルビトールアジペートが好適に用いられる。

【0041】そして、ポリビニルアセタール樹脂(a)に配合される可塑剤量は、ポリビニルアセタール樹脂(a)100重量部に対して20~70重量部の範囲で

含有される。この可塑剤量が20重量部未満であると遮音性が十分に得られず、逆に可塑剤量が70重量部を超えると可塑剤がブリードして、合わせガラスの透明性やガラス板との接着性が損なわれる。特に、この可塑剤量は30~60重量部が好ましい。

【0042】この発明において、積層樹脂膜からなる中間膜は、前述のような樹脂膜AとBとを多層押出法により一体成形する方法、或いは別々に成形した各樹脂膜を重ねて加熱加圧することにより一体化する方法、或いは、各樹脂膜を二枚の透明なガラス板の間に重ねて加熱加圧することにより一体化して、合わせガラスの製造と同時に成形する方法等により製造することができる。そして、このような中間膜の少なくとも一面には、前記のような所望の粗さの微細なエンボスが形成される。

【0043】こうして得られる中間膜を用いて合わせガラスを製造するには、透明なガラス板の間に、所望の粗さの微細なエンボスが形成された上記中間膜或いは上記樹脂膜AとBを挟み、これをニップロールに通して抜くか(抜き脱気法)或いはゴムバックに入れて減圧吸引し(減圧脱気法)、ガラス板と中間膜との間に残留する空気を脱気しながら予備圧着し、次いでオートクレーブ内或いはプレスにより加熱加圧して本圧着を行うことにより製造される。

【0044】この場合、予備圧着温度が高くなると光学歪み現象が発生しやすくなる傾向があり、予備圧着の温度として、上記中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも一層の樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行うと、前述の特定の最外樹脂膜の膜厚及び特定のエンボスの粗による作用とが相まって、各樹脂膜の界面に微小な乱れが生ぜず界面が均一となり、いわゆる光学歪みの発生がより確実に防止され、しかも中間膜の耐ブロッキング性、取扱作業性及び脱気性に優れることが見出された。

【0045】特に、上記中間膜を構成する各樹脂膜のうち、少なくとも最外樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行うのが好ましく、上記中間膜を構成する各樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度で行うのが、さらに好ましい。

【0046】ここで、樹脂膜の流出開始温度は、高化式フローテスター(試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1 mm、ダイ長さ10 mm)を用い昇温法によって測定される値である。高化式フローテスターは、JIS K 7210の流れ試験方法(参考試験)に記載されており、具体的には、例えば島津製作所製の島津フローテスタCF T-500Cが挙げられ、この島津フローテスタCF T-500Cの取扱説明書に流出開始温度の測定方法が記載されている。

【0047】因みに、従来の予備圧着温度は、各樹脂膜の流出開始温度以上の温度で温度で行われていた。この発明では、予備圧着温度が高くなると光学歪み現象が発

生しやすくなる傾向があり、少なくとも最外樹脂膜の流出開始温度よりも低い温度であって且つ40～100℃の範囲、好ましくは50～90℃の範囲の予備圧着温度を採用するのが好適である。

【0048】予備圧着の際の圧力は、従来と同様で、抜き脱気法では約2～10 kg/cm²、約400～750 mmHgの真空（絶対圧力360～10 mmHg）が好適に採用される。また、予備圧着後の本圧着は、従来と同様で、約120～150℃の温度、約10～15 kg/cm²の圧力で行われる。こうして、合わせガラスが製造される。

【0049】なお、樹脂膜AとBによる積層構成は、例えば、下記のような積層構成とされる。

樹脂膜A／樹脂膜Bの2層積層構成。

樹脂膜A／樹脂膜B／樹脂膜A、又は樹脂膜B／樹脂膜A／樹脂膜Bの3層積層構成。

樹脂膜A／樹脂膜B／樹脂膜A／樹脂膜Bの4層積層構成。

さらに、上記樹脂膜A及びBには、例えば、樹脂膜A／樹脂膜A、樹脂膜B／樹脂膜Bのように同種の樹脂膜を重ねて使用してもよい。

【0050】また、上記透明なガラス板としては、無機ガラス板のみならず、ポリカーボネート板、ポリメチルメタクリレート板などの有機ガラス板も使用することができる。また、合わせガラスの積層構成は、ガラス板／中間膜／ガラス板の三層構成のみならず、例えば、ガラス板／中間膜／ガラス板／中間膜／ガラス板のような多層構成とすることができる。

【0051】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施例及び比較例を示す。

実施例1

樹脂(a)及び樹脂膜Aの調製

平均重合度1700、ケン化度88モル%のポリビニルアルコールをn-ブチルアルデヒドでアセタール化して得られ、ブチラル化度が58モル%、ビニルアセテート成分が12モル%のポリビニルアセタール樹脂(a)を用意した。

【0052】上記樹脂(a)100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート50重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形して、厚さ0.12mmの樹脂膜Aを得た。この樹脂膜Aについて、島津製作所製の島津フローテスタCFT-500C（試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1mm、ダイ長さ10mm）を用いて、樹脂膜の流出開始温度を測定したところ、その値は80℃であった。

【0053】樹脂(b)及び樹脂膜Bの調製

平均重合度1700、ケン化度99モル%のポリビニルアルコールをn-ブチルアルデヒドでアセタール化して

得られ、ブチラル化度が66モル%、ビニルアセテート成分が1モル%のポリビニルアセタール樹脂(b)を用意した。

【0054】上記樹脂(b)100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート40とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形して、厚さ0.13mmの樹脂膜Bを得た。この樹脂膜Bについて、島津製作所製の島津フローテスタCFT-500C（試験荷重20 kg/cm²、ダイ径1mm、ダイ長さ10mm）を用いて、樹脂膜の流動開始温度を測定したところ、その値は105℃であった。

【0055】中間膜の作製

上記樹脂膜AとBを用い、これを樹脂膜B／樹脂膜A／樹脂膜Bの順に重ね合わせ、プレス成形機で加熱加圧して一体化して積層樹脂膜からなる中間膜を作製し、この中間膜の両面にエンボスロール法によりエンボスを形成した。

【0056】この中間膜のエンボスの表面粗さ（JIS B 0601による十点平均粗さ）を、触針式粗さ計（東京精密社製：surfcomE-RM-S09A、E-RM-S02A、E-RM-S39A）を用いて測定したところ、エンボスの表面粗さは30 μmであった。

【0057】また、ブロッキング性について、次の方法で剥離力を測定した結果、剥離力は86 g/cmと低い値を示し、耐ブロッキング性は良好であり、作業性に優れることがわかった。

【0058】＜ブロッキングテスト＞中間膜を10mm×25mmに裁断し、これを2枚重ね合わせ、その上に2 kgの重りを載せ、室温で25時間放置したあと、引張試験機で500mm/分の速度で180度剥離試験を行い（繰返し数3）、この剥離力（g/cm幅）を測定した。この剥離力が小さいほど耐ブロッキング性や取扱い作業性が優れている。

【0059】合わせガラスの製造

上記中間膜を、その両側から透明なフロートガラス（縦30cm×横30cm×厚さ3mm）で挟み、これをゴムバッグ内に入れ20 Torrの真空度で20分間脱気した後、脱気したまま70℃のオープンに移し、70℃で30分間保持しつつ真空プレスした。

【0060】このようにして予備圧着された合わせガラスを、エア式オートクレーブ中で圧力12 kg/cm²、温度135℃の条件で20分間本圧着を行い、合わせガラスを製造した。

【0061】この合わせガラスについて、脱気性、光学歪み及び遮音性を、次の方法で評価した。その結果をまとめて表1に示す。

【0062】＜脱気性の評価＞目視により合わせガラスに気泡が存在するか否かについて調べた。

【0063】＜光学歪みの評価＞合わせガラス合わせガラスを通してガラスの反対側を目視した時、反対側の像が歪んで見えるか否かについて調べた。

【0064】＜遮音性の評価＞合わせガラスから試料を切り出し、この試料をダンピング試験用の振動発生機（振研社製の加振機「G21-005D」）により加振し、そこから得られる振動特性を、機械インピーダンスアンプ（リオン社製の「XG-81」）にて増幅し、振動スペクトルをFFTスペクトラムアナライザー（横河ヒューレットパッカード社製の「FFTアナライザー HP 3582A」）により解析した。

【0065】こうして得られた損失係数と、ガラスとの共振周波数との比から、20℃における音周波数（Hz）と音響透過損失（dB）との関係を示すグラフを作成し、音周波数2000Hz近辺における極小の音響透過損失（TL値）を求めた。このTL値により、合わせガラスの遮音性が判断できる。

*

			実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
樹脂膜の組成及び膜厚	樹脂膜 A	アルデヒドの種類	n-ブチルアルデヒド	n-ヘキシルアルデヒド	n-ブチルアルデヒド	n-ブチルアルデヒド
		ビニルアセテート成分（モル％）	12	8	28	12
		アセタール化度（モル％）	58	55	50	58
		可塑剤量（重量部）	50	50	50	50
		膜厚（mm）	0.12	0.38	0.12	0.12
		流出開始温度（℃）	80	85	75	80
	樹脂膜 B	アルデヒドの種類	n-ブチルアルデヒド	n-ブチルアルデヒド	プロピオンアルデヒド	n-ブチルアルデヒド
		ビニルアセテート成分（モル％）	1	4	1	1
		アセタール化度（モル％）	66	64	67	66
		可塑剤量（重量部）	40	40	40	40
		膜厚（mm）	0.13	0.19	0.07	0.13
		流出開始温度（℃）	105	100	105	105
中間膜	積層構成（樹脂膜 A、B）		B/A/B	B/A/B	B/A/B/A	B/A/B
	中間膜の厚み（mm）		0.38	0.76	0.38	0.38
	エンボスの表面粗さ（ μm ）		30	38	22	30
	予備圧着温度（℃）		70	90	80	110
性能	ブロッキング性（g/cm）		86	81	96	86
	脱気性		良好	良好	良好	良好
	光学歪み		良好	良好	良好	不良
	透過損失（TL値）（dB）		37	38	38	37

【0070】

【発明の効果】上述の通り、この発明の合わせガラスの製造方法によれば、特定の樹脂膜 A と B を用いた積層樹脂膜からなる中間膜を使用し、さらに最外樹脂膜の膜厚とエンボスの表面粗さが特定の範囲限定され、しかも予備圧着の温度が特定の範囲限定されており、これ等の限定による効果が相まって、合わせ工程において各樹脂膜

*【0066】実施例 2

表 1 に示す物性の樹脂膜 A 及び B を用い、エンボスの表面粗さを $38\mu\text{m}$ に変更し、さらに予備圧着温度を 90°C に変更したこと以外は、実施例 1 と同様に行った。その結果をまとめて表 1 に示す。

【0067】実施例 3

表 1 に示す物性の樹脂膜 A 及び B を用い、樹脂膜 B / 樹脂膜 A / 樹脂膜 B / 樹脂膜 A の順に重ね合わせ、エンボスの表面粗さを $22\mu\text{m}$ に変更し、予備圧着温度を 80°C に変更したこと以外は、実施例 1 と同様に行った。その結果をまとめて表 1 に示す。

【0068】比較例 1

予備圧着温度を 110°C に変更したこと以外は、実施例 1 と同様に行った。その結果をまとめて表 1 に示す。

【0069】

【表 1】

の界面は乱れることなく均一となり、得られる合わせガラスの光学歪みを確実に防止することができる。

【0071】また、中間膜の表面に特定粗さのエンボスが形成されているので、保管中に中間膜同士がブロッキングせず、ガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良好で、また予備圧着工程での脱気性が良好で、空気の巻き込みによる気泡の発生がない。さらに、特定の

13

樹脂膜 A と B を用いた積層樹脂膜からなる中間膜を使用するので、上記のような効果とともに、遮音性に優れた合わせガラスを製造することができる。

14

【0072】したがって、この発明の方法で得られる合わせガラスは、特に、高い遮音性能が要求される建築物の窓ガラス等に好適に使用される。